

PAT-NO: JP411338192A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11338192 A

TITLE: TONER FOR DEVELOPING ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE

PUBN-DATE: December 10, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
------	---------

TAKAHASHI, NORIAKI	N/A
--------------------	-----

TAKEUCHI, MASAKO	N/A
------------------	-----

ANDO, OSAMU	N/A
-------------	-----

MITSUHASHI, KAZUO	N/A
-------------------	-----

KOIZUMI, KATSUO	N/A
-----------------	-----

KANAI, TAKAYUKI	N/A
-----------------	-----

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
------	---------

MITSUBISHI CHEMICAL	N/A CORP
---------------------	----------

APPL-NO: JP10145555

APPL-DATE: May 27, 1998

INT-CL (IPC): G03G009/097

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a color toner excellent in durability and environmental stability and excellent also in transparency by forming acicular crystals having a specified minor axis size to major axis size ratio and a specified minor axis size and incorporating a specified compd. or its metallic compd.

SOLUTION: The toner is acicular crystals having a minor axis size (b) to major axis size (a) ratio (b/a) of

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-338192

(43) 公開日 平成11年(1999)12月10日

(51) Int.Cl.⁴
G 0 3 G 9/097

識別記号

F I
G 0 3 G 9/08

3 4 6

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 9 頁)

(21) 出願番号 特願平10-145555

(22) 出願日 平成10年(1998) 5 月27日

(71) 出願人 000005968

三菱化学株式会社

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

(72) 発明者 高橋 徳明

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72) 発明者 竹内 昌子

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72) 発明者 安藤 修

神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地

三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(74) 代理人 弁理士 長谷川 曉司

最終頁に続く

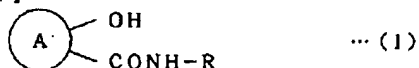
(54) 【発明の名称】 静電荷像現像用トナー

(57) 【要約】

【課題】 帯電特性に優れた帯電制御剤を用いることにより、耐久性、環境安定性に優れた静電荷像現像用トナー、更には透明性に優れたカラートナーの提供。

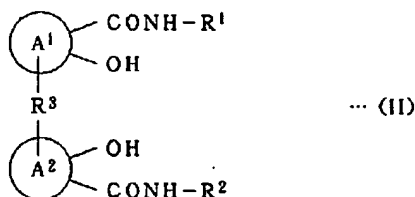
【解決手段】 短軸の長さ (b) 対長軸の長さ (a) の比 (b/a) が0.2以下であり、且つ短軸の長さ (b) が0.5 μm以下である針状結晶であって、下記一般式 (I) 又は (II) で表わされる化合物若しくはその金属化合物を含有することを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【化1】



(式中、環A及びRは、それぞれ置換基を有していてもよい芳香族環残基を表わす)

【化2】



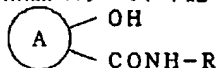
(式中、環A¹、環A²、R¹及びR²は、それぞれ置換基を有していてもよい芳香族環残基を表わし、R³は二価の有機基を表わす)

1

2

【特許請求の範囲】

【請求項1】 短軸の長さ（b）対長軸の長さ（a）の比（b/a）が0.2以下であり、且つ短軸の長さ（b）が0.5 μ m以下である針状結晶であって、下記*



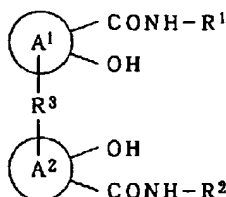
*一般式（I）又は（II）で表わされる化合物若しくはその金属化合物を含有することを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【化1】

…（I）

（式中、 \textcircled{A} 及びRは、それぞれ置換基を有していてもよい芳香族環残基を表わす。また、-OH基及び-CONH-R基は、芳香族環残基 \textcircled{A} 上で相隣る置換位置に結合している）

【化2】



…（II）

（式中、 $\textcircled{A1}$ 、 $\textcircled{A2}$ 、 R^1 及び R^2 は、それぞれ置換基を有していてもよい芳香族環残基を表わし、 R^3 は、二価の有機基を表わす。また、-OH基と-CONH- R^1 基及び-OH基と-CONH- R^2 基は、それぞれ芳香族環残基 $\textcircled{A1}$ 及び $\textcircled{A2}$ 上で相隣る置換位置に結合している）

【請求項2】 一般式（I）又は（II）の化合物がその部分カリウム塩であって、カリウム含有量が化合物1モル当たり、0.001～0.5モルであることを特徴とする請求項1に記載の静電荷像現像用トナー。

【請求項3】 一般式（II）の R^3 がメチレン基であることを特徴とする請求項1又は2に記載の静電荷像現像用トナー。

【請求項4】 一般式（I）又は（II）の化合物がそのアルカリ金属塩化合物を溶解した有機溶媒中に水又は別のアルカリ金属塩水溶液を添加することにより得られたものであることを特徴とする請求項1ないし3のいずれかに記載の静電荷像現像用トナー。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、静電荷像現像用トナーに関する。詳しくは、特定の構造と性状を有する帯電制御剤を含有する静電荷像現像用トナーに関する。本発明のトナーを用いた静電荷像現像剤（以下、静電現像剤と略記することがある）は、特に一成分系静電現像剤として電子写真法静電記録法等に使用される。

【0002】

【従来の技術】電子複写機等で使用される現像剤は、その現像工程において例えば静電荷像が形成されている感光体等の像担持体に一旦付着せしめられ、次に転写工程において感光体から転写紙に転写された後、定着工程においてコピー紙面に定着される。その際、潜像保持面上※50

※に形成される静電荷像を現像するための現像剤として、キャリアーとトナーから成る二成分系現像剤及びキャリアーを必要としない一成分系現像剤（磁性トナー、非磁性トナー）が知られている。

【0003】このようなトナーにおいては単に結着樹脂に染料、顔料等の着色剤を分散させただけのものでは望ましい帯電量が得られないため、これに帯電制御剤が適当量添加されているのが普通である。そして、従来より帯電制御剤として、正帯電性のニグロシン系染料、第四級アンモニウム塩、負帯電性の含金属モノアゾ染料、サリチル酸金属錯体、銅フタロシアニン顔料等をトナーに含有させ用いる方法が知られていた。

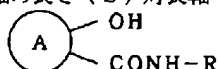
【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、従来の帯電制御剤は大方、有色物質であるか、樹脂との相溶性又は濡れ性に劣り、或いは昇華性であるために長期に亘って良好な帯電性能を持たない物であるか、等のため静電荷像現像用トナー、特にカラートナーには不向きである。加えて、このような従来の帯電制御剤を含有したトナーは初期には良好な現像特性を示すものの寿命が短く、連続複写で逆帯電を起こす等安定した帯電性が得られず、且つ環境安定性（高温高湿下、低温低温下における性能安定性）が悪いといった欠点を有している。更にカラートナーにおいては透明性が劣る等の欠点もある。本発明の目的は、帯電特性に優れた帯電制御剤を用いることにより、耐久性、環境安定性に優れた静電荷像現像

用トナーを、更には透明性に優れたカラートナーを提供することにある。

【0005】

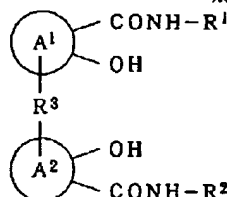
【課題を解決するための手段】本発明者らは、かかる事情に鑑み鋭意検討した結果、特定の構造及び性状を有する化合物を帯電制御剤として用いることにより、上記課題を解決し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。即ち、本発明の要旨は、短軸の長さ(b)対長軸*



... (I)

(式中、 \textcircled{A} 及びRは、それぞれ置換基を有していてもよい芳香族環残基を表す。また、-OH基及び-CONH-R基は、芳香族環残基 \textcircled{A} 上で相隣る置換位置に結合している)

【0007】



... (II)

(式中、 \textcircled{A}^1 、 \textcircled{A}^2 、 R^1 及び R^2 は、それぞれ置換基を有していてもよい芳香族環残基を表し、 R^3 は、二価の有機基を表す。また、-OH基と-CONH- R^1 基及び-OH基と-CONH- R^2 基は、それぞれ芳香族環残基 \textcircled{A}^1 及び \textcircled{A}^2 上で相隣る置換位置に結合している)

【0008】、にある。

【0009】

【発明の実施の形態】以下、本発明について詳細に説明する。本発明に用いられる帯電制御剤は、一般式(I)又は(II)で表わされる化合物若しくはその金属化合物の特定の針状結晶である。一般式(I)又は(II)において、

【0010】

【化5】



【0011】 R 、 R^1 及び R^2 は、置換基を有していてもよい芳香族環残基を表し、それぞれ同一でも異っていてもよい。ここで、芳香族環とは炭素環(環状炭素-炭素共役二重結合系をいう)、複素環又は炭素環同志、複素環同志若しくは炭素環と複素環とが縮合したものを意味する。

【0012】このような芳香族環の具体例としては、ベンゼン環、ナフタレン環、アントラセン環、フェナントレン環、カルバゾール環、フルオレン環、フルオレノン環、ジベンゾフラン環、ジベンゾチオフェン環、ベンゾカルバゾール環等が挙げられ、好ましくはベンゼン環、★50

*の長さ(a)の比(b/a)が0.2以下であり、且つ短軸の長さ(b)が0.5 μm 以下である針状結晶であって、下記一般式(I)又は(II)で表わされる化合物若しくはその金属化合物を含有することを特徴とする静電荷像現像用トナー、

【0006】

【化3】

★ナフタレン環である。更に好ましくは

30 【0013】

【化6】



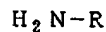
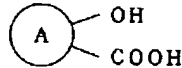
【0014】がナフタレン環、 R 、 R^1 及び R^2 がそれぞれベンゼン環又はナフタレン環である。また、該芳香族環上に有してもよい置換基の具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、n-ブチル基、tert-ブチル基等の C_{1-5} アルキル基；トリフルオロメチル基等のハロアルキル基；アミノ基；メトキシ基、エトキシ基等のアルコキシ基；塩素原子、臭素原子等のハロゲン原子；ニトロ基；フェニル基が挙げられ、好ましくは C_{1-5} アルキル基、ハロアルキル基、ハロゲン原子である。更に好ましくは塩素原子及びトリフルオロメチル基である。置換数は好ましくは1~5であり、複数の場合、置換基は互いに同一又は異なっていてもよい。

【0015】一般式(II)において、 R^3 は、置換基を有していてもよい二価の有機基を表し、具体例としては、メチレン基、エチレン基、トリメチレン基、シクロヘキシレン基等が挙げられ、好ましくは、メチレン基である。また、置換基の具体例としては、メチル基、エチ

ル基、プロピル基、フェニル基等が挙げられ、好ましくは無置換である。

【0016】一般式(I)又は(II)で表わされる化合物の金属化合物の中好適なものとしては、アルミニウム化合物、亜鉛化合物、カリウム化合物、ホウ素化合物、ナトリウム化合物等が挙げられる。特に好ましくはカリウム化合物である。更にカリウムの含有量については以下のものが好ましい。即ち、カリウムの含有量は、一般式(I)又は(II)で表わされる化合物1モルに対して、0.001~0.5モルであり、好ましくは0.001~0.3モル、更に好ましくは0.001~0.1モルである(本発明においては、かかるカリウム含量の塩を部分カリウム塩と称する)。カリウムの含有量が上記範囲を越えると、化合物の耐水性が悪化するの、帯電制御剤として好ましくない。また、カリウムの含有量が上記範囲より少ない場合、化合物の帯電特性が悪化する。

【0017】これらの化合物については、特定の針状結晶であるものが用いられるが、針状結晶については、結*



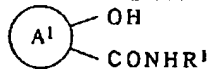
... (III)

... (IV)

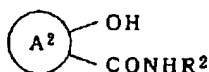
(式中、(A) 及びRは、一般式(I)におけると同一の定義を有する)

【0020】で表わされる化合物をトルエン又はクロルベンゼン等の溶媒中に三塩化リンを加え、煮沸して反応させることにより得られる。一般式(I)の部分カリウム塩であって、カリウムの含有量が、0.001~0.5モルである化合物は次のような合成法により合成することができる。例えば、一般式(I)で表わされる化合物を水酸化カリウムの水/アセトン溶液に加熱溶解した後、この溶液中に、水を添加することにより、目的の化合物が晶出する。

【0021】また、一般式(II)で表わされる化合物 ※



... (V)



... (VI)

(式中、(A¹)、(A²)、R¹ 及びR² は一般式(II)におけると同一の定義を有する)

【0023】で表わされる化合物を、苛性ソーダの水溶液中、ホルムアルデヒドを添加して、50~120℃で★50

* 晶の最も長い辺(長軸)の長さをa、最も短い辺(短軸)の長さをbとしたとき、 $b/a \leq 0.2$ で且つ $b \leq 0.5 \mu m$ の場合、良好な帯電性能を持ち、環境安定性に優れ、カラートナーにおいては良好なOHP透明性を達成できる。bが $0.5 \mu m$ より大きいと、特にOHP透明性が劣り、また良好な帯電の安定性が得られない。 b/a が0.2より大きいものは、 $b \leq 0.5 \mu m$ の条件下では、aが $2.5 \mu m$ より小さくなることを意味し、工業的合成が煩雑になり、また平均粒径も小さくなるため取り扱いも難しくなる。

【0018】好ましくは、 $b \leq 0.3 \mu m$ 、特に好ましくは $b \leq 0.2 \mu m$ であり、また、 b/a に関しては、好ましくは $b/a \leq 0.15$ 、特に好ましくは $b/a \leq 0.1$ である。一般式(I)で表わされる化合物は、通常次のような合成法によって容易に合成することができる。例えば下記一般式(III)、(IV)

【0019】

【化7】

※ (R³ がメチレン基)の部分カリウム塩であって、カリウムの含有量が0.001~0.5モルである化合物は、ブラス、ソマー(Brass, Sommer)、ベリヒテ(Ber.), 61, 998(1928)に記載された方法に準じて一般式(II)で表わされる化合物のアルカリ金属塩を合成した後、下記(a)又は(b)に示す処理を行うことにより得られる。即ち、一般式(V)及び(VI)

【0022】

【化8】

★加温して反応させることにより、一般式(II)で表わされる化合物のナトリウム塩が得られる。一般式(II)で

表わされる化合物のナトリウム塩を、例えば、N-メチルピロリドン、メタノール、ジメチルホルムアミド、メチルエチルケトン等の有機溶媒に溶解した溶液を、例えば炭酸カリウム、酢酸カリウム、塩化カリウム等のカリウム塩の水溶液中に一気に添加し高回転数で攪拌する、或いは、有機溶媒中にカリウム塩の水溶液を添加することにより得られる。

【0024】以上の処理で使用する有機溶媒の使用量は、一般式(II)のナトリウム塩100重量部に対して、10～500重量部が好ましい。炭酸カリウム等のカリウム塩の使用量は、一般式(II)のナトリウム塩1モルに対して、0.1～4モルが好ましい。水の使用量は、一般式(II)のナトリウム塩100重量部に対して、10～5000重量部が好ましい。また、処理温度は、10℃～100℃が好ましい。

【0025】以上のような条件で合成することにより、*

表 - 1

No.	④ (*1)	R	-CONH-R の置換位置	-OHの 置換位置	b/a
1	ナフタレン	p-クロロフェニル	2	3	0.15
2	ナフタレン	3-トリフルオロメチルフェニル	2	3	0.16
3	ナフタレン	3,5-ジ(トリフルオロメチル)フェニル	2	3	0.17
4	3,5-ジ-tert-ブチルベンゼン	p-クロロフェニル	1	2	0.1
5	ナフタレン	フェニル	2	3	0.12
6	ナフタレン	1-ナフチル	2	3	0.18

【0027】

※ ※【表2】

* 所望の性状の化合物が得られ、更に所望のカリウム含量の部分カリウム塩が得られる。一般式(II)で表わされる化合物を合成する場合は、炭酸カリウム等のカリウム塩ではなく、塩酸、酢酸等を使用する事により容易に合成できる。一般式(I)又は(II)で表わされる化合物の中で、本発明の静電荷像現像用帯電制御剤として好適なものの具体例としては、下記の表-1及び表-2に示される化合物の部分カリウム塩であって、長軸の長さをa、短軸の長さをbとしたとき、 $b/a \leq 0.2$ 且つ $b \leq 0.5 \mu m$ の針状結晶であり、カリウムの含有量が0.001～0.5モル%の化合物を挙げることができるが、本発明の帯電制御剤はこれらに限定されるものではない。

【0026】

【表1】

表 - 2

No.	(A ¹) (*1, *2)	R ¹	R ³	b/a
	(A ²) (*1, *2)	R ²		
7	ナフタレン	3,5-ジ(トリフルオロメチル)フェニル	メチレン	0.08
	ナフタレン	3,5-ジ(トリフルオロメチル)フェニル		
8	ナフタレン	p-クロロフェニル	メチレン	0.05
	ナフタレン	p-クロロフェニル		
9	ナフタレン	フェニル	メチレン	0.05
	ナフタレン	フェニル		
10	ナフタレン	1-ナフチル	メチレン	0.07
	ナフタレン	1-ナフチル		

(*1 芳香族環残基を表わす場合、例えばベンゼン環残基等は単にベンゼンと記した。

*2 (A¹) に対する -R³ -基、-OH基、及び -CONH-R¹ 基の置換位置はそれぞれ1位、2位、及び3位である。(A²) についても同様。
a は結晶の長軸の長さ、b は短軸の長さを示し、いずれもSEM写真を基に測定した。)

【0028】本発明の帯電制御剤をトナーに使用する場合、該トナーには少なくとも樹脂及び着色剤を用いる。トナーに含有せしめる樹脂としては公知のものを含む広い範囲から選択できる。例えばポリスチレン、クロロポリスチレン、ポリ- α -メチルスチレン、スチレン-クロロスチレン共重合体、スチレン-プロピレン共重合体、スチレン-ブタジエン共重合体、スチレン-塩化ビニル共重合体、スチレン-酢酸ビニル共重合体、スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-アクリル酸エステル共重合体(スチレン-アクリル酸メチル共重合体、スチレン-アクリル酸エチル共重合体、スチレン-アクリル酸ブチル共重合体、スチレン-アクリル酸オクチル共重合体及びスチレン-アクリル酸フェニル共重合体等)、スチレン-メタクリル酸エステル共重合体(スチレン-メタクリル酸メチル共重合体、スチレン-メタクリル酸エチル共重合体、スチレン-メタクリル酸ブチル共重合体及びスチレン-メタクリル酸フェニル共重合体等)、スチレン- α -クロロアクリル酸メチル共重合体及びスチレン-アクリロニトリル-アクリル酸エステル共重合体等のスチレン系樹脂(スチレン又はスチレン置換体を含む単重合体又は共重合体)、塩化ビニル樹脂、ロジン変性マレイン酸樹脂、フェノール樹脂、エポキシ樹脂、飽和若しくは不飽和ポリエステル樹脂、低分子量ポリエチレン、低分子量ポリプロピレン、アイオノマー樹脂、ポリウレタン樹脂、シリコン樹脂、ケトン樹脂、エチレン-エチルアクリレート共重合体、キシレン樹脂並びにポリビニルブチラール樹脂等があるが、本発明に用いるに特に好ましい樹脂としてはスチレン-アクリル酸エステル共重合体、スチレン-メタクリル酸エス

*テル共重合体、飽和若しくは不飽和ポリエステル樹脂及びエポキシ樹脂等を挙げることができる。また、上記樹脂は単独で使用するに限らず二種以上併用することもできる。

【0029】本発明トナーに含有せしめる着色剤としては、公知のものを含む広い範囲から選択でき、例えば、カーボンブラック、ランプブラック、鉄黒、群青、ニグロシン染料、アニリンブルー、フタロシアニンブルー、フタロシアニングリーン、ハンザイエロー、クロムイエロー、ローズベンガル、トリアリールメタン系染料、モノアゾ系又はジスアゾ系染料等を挙げることができる。

【0030】本発明の帯電制御剤として用いられる上記一般式(I)又は(II)で表わされる前記特定性状の化合物又は金属化合物は、淡黄色であり、例えばフルカラー現像に用いられる、青、赤、黄等のカラートナーに含有せしめてもよく、この場合は相当する色調を有する染料からなる着色剤を用いる。着色剤の含有率は、樹脂100重量部に対して3~20重量部とするのが好ましい。

【0031】本発明のトナーに一般式(I)又は(II)で表わされる前記特定性状の化合物又は金属化合物、更にその他の帯電制御剤を含有させる方法としては、トナー中に樹脂と共に添加混合する内添方法、トナー粒子に添加混合する外添方法等が可能であるが、内添方法がより一般的で好ましい。トナー中の一般式(I)又は(II)で表わされる前記特定性状の化合物又は金属化合物の含有率は、樹脂100重量部に対して0.1~20重量部が好ましく、より好ましくは0.1~15重量部、

更に好ましくは0.5〜7重量部である。一般式(I)又は(II)で表わされる前記特定性状の化合物又は金属化合物の含有率が少なすぎると帯電性の向上効果が改善されず、また過剰であるとトナーの品質が低下するので好ましくない。

【0032】本発明のトナーには、一般式(I)又は(II)で表わされる前記特定性状の化合物又は金属化合物とは別に、公知のものを含めて他の帯電制御剤、即ち、例えば、ニグロシン系染料、第四級アンモニウム塩、含金属錯化合物等を含有せしめてもよい。更に本発明のトナーには、その他の公知の添加剤、例えば、固体電解質、高分子電解質、電荷移動錯体、酸化スズ等の金属酸化物等の導電体、半導体或いは強誘電体、磁性体等を添加しトナーの電気的性質を制御することができる。

【0033】この他、トナーの中には熱特性、物理特性等を調整する目的で低分子量オレフィン重合体等の各種可塑剤、離型剤等の助剤を添加することも可能である。更にトナー粒子にTiO₂、Al₂O₃、SiO₂、ステアリン酸Zn等の微粉末を添加し、これらでトナー粒子表面を被覆せしめることによってトナーの流動性、耐凝集性の向上を図ることができる。

【0034】本発明の帯電制御剤は特に負帯電性トナーに用いることが好ましい。トナーの製造法としては、上記の各成分をニーダー等で混練し冷却後、粉碎し分級すればよい。または、カプセル化トナーや重合トナーを採用してもよい。本発明のトナーは二成分系現像剤の他に、マグネタイト含有トナー等のいわゆる一成分系現像剤(磁性トナー又は非磁性トナー)にも適用することができる。トナーの平均粒径は5〜20μmが好適である。

【0035】本発明のトナーと混合して現像剤を形成するキャリアーとしては、公知の鉄粉系、フェライト系、マグネタイト系キャリアー等の磁性物質又はそれらの表面に樹脂コーティングを施したものや磁性樹脂キャリアーを用いることができる。樹脂コーティングキャリアーの被覆樹脂としては一般的に知られているスチレン系樹脂、アクリル系樹脂、スチレンアクリル共重合系樹脂、シリコン系樹脂、変性シリコン系樹脂、フッ素系樹脂等が利用できるがこれらに限定されるものではない。キャリアーの平均粒径は特に制限はないが10〜200μmの平均粒径を有するものが好ましい。これらキャリアーは、トナー1重量部に対して、5〜100重量部使用することが好ましい。

【0036】

【実施例】以下、実施例及び比較例を挙げて、本発明を更に具体的に説明するが、本発明は、その要旨を越えない限りこれらの実施例に限定されるものではない。なお、下記実施例中、単に「部」とあるのはいずれも「重量部」を意味するものとする。また、例示化合物番号は表-1又は表-2の化合物番号に対応する。また、カリ

ウムの分析には蛍光X線分析(XRF)を用いた。

【0037】合成例1(例示化合物1の合成)

2-ヒドロキシ-3-ナフトエ酸(東京化成工業製)12.6gを、p-クロルアニリン(東京化成工業製)8.5g、ジメチルホルムアミド2ml、トルエン200ml中に、懸濁させ、そこにチオニルクロライド8.36gを添加し、系を還流させながら約5時間反応させた。反応後、放冷し、アルカリで中和した後、結晶が析出した。この後、水洗、メタノール洗の後乾燥し、10gの白色の微粉末を得た。

【0038】合成例2(例示化合物1の部分カリウム塩の合成)

合成例1で得られた例示化合物1、10gをアセトン30ml、水酸化カリウム2.22gを水20mlに溶解した溶液を添加し、溶解する。その溶解液を水280mlに室温で滴下し、2時間攪拌した後濾過した。得られた白色結晶を乾燥し、例示化合物1を7gを得た。カリウムの含有量は例示化合物1モル当り、0.006モルであった。

【0039】合成例3(例示化合物8のナトリウム塩の合成)

2-[N-(p-クロロフェニル)カルバモイル]-3-ヒドロキシナフタリン(例示化合物1)282gをメタノール400ml、水酸化ナトリウム113.4g及び水1440mlに溶解し、80℃に昇温した。この中に35%ホルムアルデヒド水溶液66gを添加し9時間反応させた。反応液を50℃に冷却し、濾過したところ黄色の結晶が得られた。この結晶を乾燥して例示化合物8のナトリウム塩の微粉末261gを得た。なお、ナトリウムの含有量は、例示化合物8の1モル当り0.98モルであった。

【0040】合成例4(例示化合物8の部分カリウム塩の合成)

合成例3で得られたナトリウム塩120gをN-メチルピロリドン(キシダ化学製、一級)167mlに溶解した液を、炭酸カリウム27gを水2.4リットルに溶解し、60℃に加熱し、高回転数(約700rpm)で攪拌している溶液に一気に添加した。得られた、混合液を2時間加熱し、濾過したところ淡黄色の結晶が得られた。この結晶を乾燥して110gの微粉末を得た。なお、カリウム量は、例示化合物8の1モル当り0.031モルであった。また、ナトリウムは殆んど検出されなかった。

【0041】合成例5(例示化合物8の部分カリウム塩の合成)

合成例3で得られたナトリウム塩120gをN-メチルピロリドン167mlに溶解し、60℃に加熱した液に炭酸カリウム54gを水2.4リットルに溶解し、60℃に加熱した溶液を約30分で添加した。60℃で7時間加熱攪拌し、濾過、乾燥して115gの淡黄色の微粉

13

末を得た。なお、カリウムの含有量は例示化合物8の1モル当り0.034であった。

【0042】合成例6（例示化合物8の部分カリウム塩の合成）

合成例3で得られたナトリウム塩を120g使用し、炭酸カリウムを使用する代わりに酢酸カリウム37.5gを使用し、反応温度を60℃の代わりに50℃にする以外は合成例5と同様に反応操作を行い、110gの淡黄色の微粉末を得た。なお、カリウムの含有量は例示化合物8の1モル当り0.030モルであった。

【0043】合成例7（例示化合物8の部分カリウム塩で $b/a > 0.2$ で且つ $b > 0.5 \mu m$ の化合物）

合成例3で得られたナトリウム塩130gをN-メチルピロリドン182mlに溶解し、60℃に加熱した溶液を炭酸カリウム29.4gを水2.6リットルに溶解し*

実施例1～3及び比較例1

ポリエステル樹脂（酸成分としてフタル酸、ジオール成分としてビスフェノールAのエチレンオキサイド付加物とエチレングリコールを用いて合成。Mw：32000）

ピグメントブルー15：3（KET BLUE 111）

合成例4の化合物

100部

4部

6部

上記材料を配合混練りし、粉碎分級して平均粒子径8.9 μm のシアントナーを得た。このトナー100部に、疎水化処理されたシリカを0.8重量%添加してテスト用トナーを得た。このテスト用トナーを非磁性一成分用の現像槽（ソニーテクトロニクス社製、Phaser 540用ゴムローラー、ウレタン製ブレード）に投入し、ローラーを一定回転させた後、ローラー上のトナー帯電量を測定した。またOHP透明性についてもOHPシートに画像を印字し、透過率を測定した。（結果を表-3に示す）また、更にこのテスト用トナーをフルカラー※

表 - 3

No.	化合物	帯電量	透明性（透過率）
実施例1	合成例4	-20 $\mu C/g$	57%
実施例2	合成例5	-19.5 $\mu C/g$	60%
実施例3	合成例6	-24 $\mu C/g$	50%
比較例1	合成例7	-19 $\mu C/g$	45%

【0047】上表に示されるように、比較例に示す、長軸の長さ（a）、短軸の長さ（b）としたときの $b/a > 0.2$ 、 $b > 0.5 \mu m$ となった合成例7で作った化合物ではOHP透明性が実施例1、2、3に比べてかなり劣っている。この結果より、本発明の特定性状の化合物が帯電制御剤として優れていることが明らかである。★

14

*60℃に加熱、低回転数（250rpm）で攪拌している溶液中に約1時間かけて添加した。混合液を1時間加熱し、濾過、乾燥したところ120gの淡黄色の微粉末を得た。なお、カリウムの含有量は例示化合物8の1モル当り0.033モルであった。

【0044】合成例8（例示化合物8 カリウムを含まない化合物）

合成例3で得られた例示化合物8のナトリウム塩10gをN-メチルピロリドン15mlに溶解し、35%塩酸2gを含む水100mlに添加した。60℃1時間攪拌した後、濾過、乾燥を行って9.5gの淡黄色の微粉末を得た。なお、カリウムの含有量は例示化合物8の1モル当り0.0001モル以下であった。

【0045】

※リンター（ソニーテクトロニクス社製、非磁性一成分用）で実写を行ったところ、かぶりの少ない鮮明な画像が得られ、8000枚複写を重ねた後も画像の品質は低下しなかった。表-3に示す合成例4の化合物を使用する以外は実施例1と同様にトナーを調製し、帯電量、透過率を測定した。結果を表-3に示した。また、比較例として、合成例7の化合物も同様にトナーに調製し、帯電量、透過率を測定し、表-3に示した。

【0046】

【表3】

★【0048】

【発明の効果】本発明の静電荷像現像用トナーは、十分な帯電レベル、及び長期に亘る連続複写においても帯電安定性を有し、透明性に優れたカラートナーを提供している。

フロントページの続き

(72)発明者 三ツ橋 和夫
神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地
三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72)発明者 小泉 勝男
神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地
三菱化学株式会社横浜総合研究所内

(72)発明者 金井 孝之
神奈川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地
三菱化学株式会社横浜総合研究所内

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

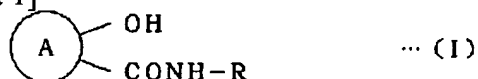
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

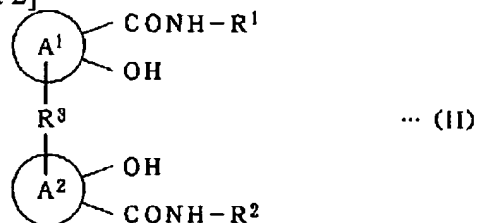
[Claim 1] The toner for electrostatic-charge image development characterized by containing the compound which is the needle crystal whose length (b) of a minor axis the ratio (b/a) of the length (a) of the length (b) opposite major axis of a minor axis is 0.2 or less, and is 0.5 micrometers or less, and is expressed with the following general formula (I) or (II), or its metallic compounds.

[Formula 1]



(式中、 \textcircled{A} 及び R は、それぞれ置換基を有していてもよい芳香族環残基を表わす。また、-OH 基及び -CONH-R 基は、芳香族環残基 \textcircled{A} 上で相隣る置換位置に結合している)

[Formula 2]



(式中、 \textcircled{A}^1 、 \textcircled{A}^2 、 R^1 及び R^2 は、それぞれ置換基を有していてもよい芳香族環残基を表わし、 R^3 は、二価の有機基を表わす。また、-OH 基と -CONH- R^1 基及び -OH 基と -CONH- R^2 基は、それぞれ芳香族環残基 \textcircled{A}^1 及び \textcircled{A}^2 上で相隣る置換位置に結合している)

[Claim 2] The toner for electrostatic-charge image development according to claim 1 characterized by for a general formula (I) or the compound of (II) being the partial potassium salt, and a potassium content being 0.001-0.5 mols per one mol of compounds.

[Claim 3] R^3 of a general formula (II) Toner for electrostatic-charge image development according to claim 1 or 2 characterized by being a methylene group.

[Claim 4] The toner for electrostatic-charge image development according to claim 1 to 3 characterized by being obtained by adding water or another alkali-metal salt water solution in the organic solvent in which the general formula (I) or the compound of (II) dissolved the alkali-metal salt compound.

[Translation done.]

h

g cg b

eb cg e e h

g

* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[The technical field to which invention belongs] this invention relates to the toner for electrostatic-charge image development. It is related with the toner for electrostatic-charge image development containing the electrification control agent which has specific structure and a specific character in detail. Especially the electrostatic-charge image developer (it may be hereafter written as an electrostatic developer) using the toner of this invention is used for a xerography electrostatic recording method etc. as an one-component-system static developer.

[0002]

[Description of the Prior Art] After the developer used with an electronic copying machine etc. is made to once adhere to image supports, such as a photo conductor with which the electrostatic-charge image is formed in the development process, and is imprinted by the transfer paper from a photo conductor in an imprint process next, in a fixing process, copy space is fixed to it. The one-component-system developer (a magnetic toner, nonmagnetic toner) which does not need the binary system developer and carrier who consist of a carrier and a toner as a developer for developing the electrostatic-charge image formed on a latent-image maintenance side is known in that case.

[0003] Since the amount of electrifications desirable in the thing which made the binding resin only distribute coloring agents, such as a color and a pigment, is not obtained in such a toner, usually suitable amount addition of the electrification control agent is carried out at this. And the method of making a toner contain the Nigrosine system color of right electrification nature, quarternary ammonium salt, the metal-containing monoazo color of negative electrification nature, a salicylic-acid metal complex, a copper-phthalocyanine pigment, etc., and using them as an electrification control agent, conventionally, was learned.

[0004]

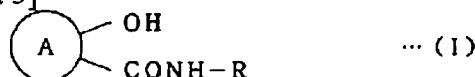
[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, almost, the conventional electrification control agent is the colored matter, is an object which is inferior to compatibility with a resin, or wettability, or does not have a good electrification performance at a long period of time since it is sublimability, or is unsuitable for the toner for electrostatic-charge image development, especially a color toner because of **. In addition, although it shows a good development property in early stages, the toner containing such a conventional electrification control agent has a short life, and the electrification nature which caused reverse electrification and was etc.-stabilized in the continuation copy is not obtained, and it has the fault that environmental stability (performance stability under high-humidity/temperature and low-humidity/temperature) is bad. Furthermore, there is also a fault, like in a color toner, transparency is inferior. The purpose of this invention is by using the electrification control agent excellent in the electrification property to offer the color toner which was further excellent in transparency in the toner for electrostatic-charge image development excellent in endurance and environmental stability.

[0005]

[Means for Solving the Problem] As a result of inquiring wholeheartedly in view of this situation, by

using the compound which has specific structure and a specific character as an electrification control agent, this invention persons find out that the above-mentioned technical problem can be solved, and came to complete this invention. That is, the summary of this invention is a toner for electrostatic-charge image development characterized by containing the compound which is the needle crystal whose length (b) of a minor axis the ratio (b/a) of the length (a) of the length (b) opposite major axis of a minor axis is 0.2 or less, and is 0.5 micrometers or less, and is expressed with the following general formula (I) or (II), or its metallic compounds. [0006]

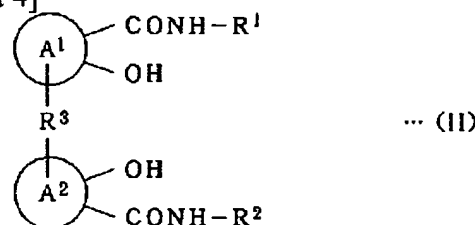
[Formula 3]



(式中、 \textcircled{A} 及び R は、それぞれ置換基を有していてもよい芳香族環残基を表わす。また、 $-\text{OH}$ 基及び $-\text{CONH}-\text{R}$ 基は、芳香族環残基 \textcircled{A} 上で相隣る置換位置に結合している)

[0007]

[Formula 4]



(式中、 $\textcircled{A^1}$ 、 $\textcircled{A^2}$ 、 R^1 及び R^2 は、それぞれ置換基を有していてもよい芳香族環残基を表わし、 R^3 は、二価の有機基を表わす。また、 $-\text{OH}$ 基と $-\text{CONH}-\text{R}^1$ 基及び $-\text{OH}$ 基と $-\text{CONH}-\text{R}^2$ 基は、それぞれ芳香族環残基 $\textcircled{A^1}$ 及び $\textcircled{A^2}$ 上で相隣る置換位置に結合している)

[0008] it is alike

[0009]

[Embodiments of the Invention] Hereafter, this invention is explained in detail. The electrification control agent used for this invention is the specific needle crystal of the compound expressed with a general formula (I) or (II), or its metallic compounds. In a general formula (I) or (II) [0010]

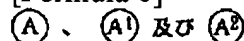
[Formula 5]



[0011] R and R1 And R2 The aromatic ring residue which may have the substituent is expressed, and even if respectively the same, you may differ. Here, an aromatic ring means what a ring (a carbocyclic-ring-carbon conjugate double combined system is said), a heterocycle or the ring comrade, the heterocycle comrade or the ring, and the heterocycle condensed.

[0012] as the example of such an aromatic ring -- the benzene ring, a naphthalene ring, an anthracene ring, a phenanthrene ring, a carbazole ring, a fluorene ring, and full -- me -- non, a ring, a dibenzofuran ring, a dibenzo thiophene ring, a benzo carbazole ring, etc. are mentioned, and they are the benzene ring and a naphthalene ring preferably furthermore -- desirable. [0013]

[Formula 6]



[0014] A ** naphthalene ring, and R and R1 And R2 They are the benzene ring or a naphthalene ring, respectively. moreover -- as the example of the substituent which you may have on this aromatic ring -- C1-5, such as a methyl group, an ethyl group, a propyl group, n-butyl, and a tert-butyl, alkyl group; -- halo alkyl group; -- amino-group; -- halogen atom; nitro group; phenyl groups, such as alkoxy-group; chlorine atoms, such as a methoxy machine and an ethoxy basis, and a bromine atom, mention -- having -- desirable -- C1-5 They are an alkyl group, a halo alkyl group, and a Furthermore, they are a chlorine atom and a trifluoromethyl machine preferably. the numbers of substitution are 1-5 preferably, and, in two or more cases, a substituent is mutually the same -- or you may differ

[0015] It sets to a general formula (II) and is R3. The bivalent organic machine which may have the substituent is expressed, a methylene group, an ethylene, a trimethylene machine, a cyclo hexylene machine, etc. are mentioned as an example, and it is a methylene group preferably. Moreover, as an example of a substituent, the methyl group, the ethyl group, the propyl group, the phenyl group, etc. were mentioned, and it did not replace preferably.

[0016] As a suitable thing, an aluminium compound, a zinc compound, a potassium compound, a boron compound, a sodium compound, etc. are mentioned in the metallic compounds of the compound expressed with a general formula (I) or (II). It is a potassium compound especially preferably.

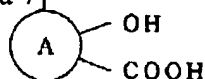
Furthermore, about the content of a potassium, the following are desirable. That is, the content of a potassium is 0.001-0.5 mols to one mol of compounds expressed with a general formula (I) or (II), and is 0.001-0.1 mols still more preferably 0.001-0.3 mols preferably (in this invention, the salt of this potassium content is called partial potassium salt). If the content of a potassium exceeds the above-mentioned range, since the water resistance of a compound will get worse, it is not desirable as an electrification control agent. Moreover, when there are few contents of a potassium than the above-mentioned range, the electrification property of a compound gets worse.

[0017] the time of setting the length of a and the shortest side (minor axis) to b for the length of the longest side (major axis) of a crystal about needle crystal, although what is specific needle crystal was used about these compounds -- $b/a \leq 0.2$ -- and in the case of $b \leq 0.5$ micrometers, it has a good electrification performance, and excels in environmental stability, and good OHP transparency can be attained in a color toner If b is larger than 0.5 micrometers, especially OHP transparency will be inferior and the stability of good electrification will not be acquired. Since, as for what has larger b/a than 0.2, a means a bird clapper under $b \leq 0.5$ -micrometer conditions smaller than 2.5 micrometers, and industrial composition becomes complicated and a mean particle diameter also becomes small, handling also becomes difficult.

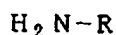
[0018] desirable -- $b \leq 0.3$ micrometers -- especially -- desirable -- $b \leq 0.2$ micrometers -- it is -- moreover, b/a -- being related -- desirable -- $b/a \leq 0.15$ -- it is $b/a \leq 0.1$ especially preferably The compound expressed with a general formula (I) is easily compoundable with the usually following synthesis methods. For example, the following general formula (III) (IV),

[0019]

[Formula 7]



... (III)



... (IV)

(式中、 \textcircled{A} 及びRは、一般式 (I) におけると同一の定義を有する)

[0020] It is obtained by coming out, adding a phosphorus trichloride, boiling the compound expressed and making it react into solvents, such as toluene or chlorobenzene. It is partial potassium salt of a general formula (I), and the compound whose content of a potassium is 0.001-0.5 mols can be compounded by the following synthesis methods. For example, after carrying out the heating dissolution

of the compound expressed with a general formula (I) at the water / acetone solution of a potassium hydroxide, the target compound crystallizes by adding water in this solution.

[0021] Moreover, it is obtained by performing processing shown in a general formula (following (a after the compound whose content of a potassium it is partial potassium salt of a compound (R3 is a methylene group) expressed with II), and is 0.001-0.5 mols compounds the alkali-metal salt of the compound expressed with a general formula (II) according to blas . SOMA (Brass.Sommer), BERIHITE (Ber.), and the method indicated by 61,998 (1928)), or (b). General formula (V) That is, reach (VI).

[0022]

[Formula 8]



(式中、 A^1 、 A^2 、 R^1 及び R^2 は一般式 (II) におけると同一の定義を有する)

[0023] The sodium salt of the compound expressed with a general formula (II) is obtained by coming out, warming the compound expressed and making it to add formaldehyde among the solution of caustic alkali of sodium, and react at 50-120 degrees C. It adds at a stretch in the solution of potassium salt, such as potassium carbonate, potassium acetate, and potassium chloride, and the solution which dissolved the sodium salt of the compound expressed with a general formula (II) in organic solvents, such as for example, N-methyl pyrrolidone, a methanol, a dimethylformamide, and a methyl ethyl ketone, is agitated at a high rotational frequency, or it is obtained by adding the solution of potassium salt in an organic solvent.

[0024] The amount of the organic solvent used by the above processing has the desirable 10 - 500 weight section to the sodium salt 100 weight section of a general formula (II). The amount of the potassium salt used, such as potassium carbonate, has desirable 0.1-4 mols to one mol of sodium salt of a general formula (II). The amount of the water used has the desirable 10 - 5000 weight section to the sodium salt 100 weight section of a general formula (II). Moreover, processing temperature has 10 degrees C - desirable 100 degrees C.

[0025] By compounding on the above conditions, the compound of a desired character is obtained and the partial potassium salt of a desired potassium content is obtained further. When compounding the compound expressed with a general formula (II), it can compound easily by using not potassium salt, such as potassium carbonate, but a hydrochloric acid, an acetic acid, etc. In the compound expressed with a general formula (I) or (II), as an example of a thing suitable as an electrification control agent for electrostatic-charge image development of this invention Although it is partial potassium salt of the compound shown in the following Table -1 and -2, and it is $b/a \leq 0.2$ and $b \leq 0.5$ -micrometer needle crystal and the content of a potassium can mention 0.001-0.5-mol % of a compound when the length of a and a minor axis is set to b for the length of a major axis The electrification control agent of this invention is not limited to these.

[0026]

[Table 1]

表 - 1

No.	① (*1)	R	-CONH-R の置換位置	-OHの 置換位置	b/a
1	ナフタレン	p-クロロフェニル	2	3	0.15
2	ナフタレン	3-トリフルオロメチルフェニル	2	3	0.16
3	ナフタレン	3,5-ジ(トリフルオロメチル)フェニル	2	3	0.17
4	3,5-ジ-tert-ブチルベンゼン	p-クロロフェニル	1	2	0.1
5	ナフタレン	フェニル	2	3	0.12
6	ナフタレン	1-ナフチル	2	3	0.18

[0027]

[Table 2]

表 - 2

No.	① (*1, *2)	R ¹	R ³	b/a
	② (*1, *2)	R ²		
7	ナフタレン	3,5-ジ(トリフルオロメチル)フェニル	メチレン	0.08
	ナフタレン	3,5-ジ(トリフルオロメチル)フェニル		
8	ナフタレン	p-クロロフェニル	メチレン	0.05
	ナフタレン	p-クロロフェニル		
9	ナフタレン	フェニル	メチレン	0.05
	ナフタレン	フェニル		
10	ナフタレン	1-ナフチル	メチレン	0.07
	ナフタレン	1-ナフチル		

(*1 芳香族環残基を表わす場合、例えばベンゼン環残基等は単にベンゼンと記した。

*2 ① に対する -R³ -基、-OH基、及び -CONH-R¹ 基の置換位置はそれぞれ1位、2位、及び3位である。② についても同様。
a は結晶の長軸の長さ、b は短軸の長さを示し、いずれもSEM写真を基に測定した。)

[0028] When using the electrification control agent of this invention for a toner, a resin and a coloring agent are used for this toner at least. It can choose from the large range containing a thing well-known as a resin a toner is made to contain. For example, polystyrene, chloro polystyrene, the Polly alpha methyl styrene, A styrene-chloro styrene copolymer, a styrene-propylene copolymer, A styrene-butadiene copolymer, a styrene-vinyl chloride copolymer, a styrene-vinyl acetate copolymer, a styrene-maleic-acid copolymer and a styrene-acrylic-ester copolymer (a styrene-methyl-acrylate copolymer --) A styrene-ethyl-acrylate copolymer, a styrene-butyl-acrylate copolymer, A styrene-acrylic-acid octyl copolymer, a

styrene-acrylic-acid phenyl copolymer, etc., a styrene-methacrylic-ester copolymer (a styrene-methyl-methacrylate copolymer --) A styrene-ethyl-methacrylate copolymer, a styrene-methacrylic-acid butyl copolymer, a styrene-methacrylic-acid phenyl copolymer, etc., Styrene resins (the single polymer or copolymer containing styrene or a styrene substitution product), such as a styrene-alpha-crawl methyl-acrylate copolymer and a styrene-acrylonitrile-acrylic-ester copolymer, Vinyl chloride resin, rosin denaturation maleic resin, phenol resin, an epoxy resin, Although there are saturation or an unsaturated polyester resin, low molecular weight polyethylene, low molecular weight polypropylene, an ionomer resin, a polyurethane resin, silicone resin, ketone resin, an ethylene-ethyl acrylate copolymer, a xylene resin, polyvinyl butyral resin, etc. As a desirable resin, a styrene-acrylic-ester copolymer, a styrene-methacrylic-ester copolymer, saturation or an unsaturated polyester resin, an epoxy resin, etc. can be especially mentioned for using for this invention. Moreover, the above-mentioned resin cannot be restricted for using it independently, but can also be used together two or more sorts.

[0029] It can choose from the latus range which contains a well-known thing as a coloring agent this invention toner is made to contain, for example, carbon black, lamp black, iron black, ultramarine blue, a Nigrosine color, the aniline bule, a copper phthalocyanine blue, a Phthalocyanine Green, Hansa yellow, chrome yellow, a rose bengal, a triaryl methane system color, monoazo, or a JISUAZO system stain pigment can be mentioned.

[0030] The compound or metallic compounds of the shape of an aforementioned specificity expressed with the above-mentioned general formula (I) used as an electrification control agent of this invention or (II) may make color toners, such as the blue and red who are light yellow, for example, are used for full color development, and yellow, contain, and the coloring agent which consists of a stain pigment which has the color tone which corresponds in this case is used for them. As for the content of a coloring agent, it is desirable to consider as 3 - 20 weight section to the resin 100 weight section.

[0031] As the compound of the shape of an aforementioned specificity expressed with the toner of this invention by the general formula (I) or (II) or metallic compounds, and a method of making other electrification control agents contain further, although outside ***** which carries out addition mixture is possible to inner ***** which carries out addition mixture with a resin into a toner, and a toner particle, inner ***** is more common and desirable. the content of the compound of the shape of an aforementioned specificity expressed with the general formula in a toner (I), or (II), or metallic compounds -- the resin 100 weight section -- receiving -- 0.1 - 20 weight section -- desirable -- more -- desirable -- 0.1 - 15 weight section -- it is 0.5 - 7 weight section still more preferably Since the improvement effect of electrification nature will not be improved and the quality of a toner will deteriorate that it is superfluous if there is too little content of the compound of the shape of an aforementioned specificity expressed with a general formula (I) or (II) or metallic compounds, it is not desirable.

[0032] You may make the toner of this invention contain other electrification control agents, i.e., for example, a Nigrosine system color, quarternary ammonium salt, metal-containing complex compounds including a well-known thing, etc. apart from the compound of the shape of an aforementioned specificity expressed with a general formula (I) or (II), or metallic compounds. Furthermore, in the toner of this invention, conductors, such as metallic oxides, such as other well-known additives, for example, a solid electrolyte, a polyelectrolyte, an electron donor acceptor complex, and tin oxide, a semiconductor or a ferroelectric, the magnetic substance, etc. can be added, and the electrical property of a toner can be controlled to it.

[0033] In addition, it is also possible to add assistants, such as various plasticizers, such as a low-molecular-weight olefin polymer, and a release agent, in order to adjust a heat characteristic, a physical property, etc. into a toner. Furthermore, impalpable powders, such as TiO₂, aluminum 2O₃, SiO₂, and stearin acid Zn, can be added to a toner particle, and improvement in the fluidity of a toner and cohesiveness-proof can be aimed at by making a toner particle front face cover with these.

[0034] As for especially the electrification control agent of this invention, using for a negative electrification nature toner is desirable. What is necessary is to knead by the kneader etc., to grind each above-mentioned component after cooling, and just to classify it as a manufacturing method of a toner.

Or you may adopt an encapsulation toner and a polymerization toner. Besides a binary system developer, the toner of this invention is applicable also to the so-called one-component-system developers (a magnetic toner or nonmagnetic toner), such as a magnetite content toner. 5-20 micrometers is suitable for the mean particle diameter of a toner.

[0035] As a carrier who mixes with the toner of this invention and forms a developer, the thing and the magnetic resin carrier who gave resin coating can be used for the quality of a magnetic matter or those front faces, such as a well-known iron powder system, a ferrite system, and a magnetite system carrier. Although the styrene resin and the acrylic resin which are generally known as a resin coating carrier's covering resin, a styrene acrylic copolymerization system resin, a silicone system resin, a denaturation silicone system resin, a fluorine system resin, etc. can be used, it is not limited to these. Although especially a limit does not have a carrier's mean particle diameter, what has the mean particle diameter which is 10-200 micrometers is desirable. As for these carriers, it is desirable to carry out 5-100 weight section use to the toner 1 weight section.

[0036]

[Example] Although an example and the example of comparison are given and this invention is explained still more concretely hereafter, this invention is not limited to these examples, unless the summary is exceeded. In addition, as for being only with the "section", all shall mean the "weight section" among the following example. Moreover, an instantiation compound number is equivalent to the compound number of Table -1 or -2. Moreover, X-ray fluorescence (XRF) was used for analysis of a potassium.

[0037] The synthetic example 1 (composition of the instantiation compound 1)

12.6g (product made from the Tokyo Chemicals industry) of 2-hydroxy-3-naphthoic acids -- p-crawl aniline (product made from Tokyo Chemicals industry) 8.5g, dimethylformamide 2ml, and toluene 200ml -- it was made to react for about 5 hours, making it suspend, adding thionyl chloride 8.36g there, and making a system flow back to inside The crystal deposited, after cooling radiationally and neutralizing with alkali after a reaction. Then, rinsing and methanol ** back-dried and the 10g white impalpable powder was obtained.

[0038] The synthetic example 2 (composition of the partial potassium salt of the instantiation compound 1)

The solution which dissolved the instantiation compounds 1 and 10g obtained in the synthetic example 1 in acetone 30ml, and dissolved 2.22g of potassium hydroxides in 20ml of water is added, and it dissolves. It filtered, after dropping the solution at 280ml of water at the room temperature and agitating it for 2 hours. The obtained white crystal was dried and 7g was obtained for the instantiation compound 1. The content of a potassium was 0.006 mols per one mol of instantiation compounds.

[0039] The synthetic example 3 (composition of the sodium salt of the instantiation compound 8)

2-[N-(p-chlorophenyl) carbamoyl]-3-hydroxy naphthalene (instantiation compound 1) 282g was dissolved in methanol 400ml, 113.4g of sodium hydroxides, and 1440ml of water, and the temperature up was carried out to 80 degrees C. 66g of formaldehyde solution was added 35%, and it was made to react into this for 9 hours. The yellow crystal was obtained when reaction mixture was cooled and filtered at 50 degrees C. This crystal was dried and 261g of impalpable powders of the sodium salt of the instantiation compound 8 was obtained. In addition, the content of sodium was 0.98 mols per mol of the instantiation compound 8.

[0040] The synthetic example 4 (composition of the partial potassium salt of the instantiation compound 8)

27g of potassium carbonate was dissolved in 2.4l. of water, the liquid which dissolved 120g of sodium salt obtained in the synthetic example 3 in N-methyl pyrrolidone (product made from KISHIDA chemistry, first class) 167ml was heated at 60 degrees C, and it added at a stretch in the solution agitated at the high rotational frequency (about 700 rpm). When the obtained mixed liquor was heated for 2 hours and filtered, the crystal of light yellow was obtained. This crystal was dried and the 110g impalpable powder was obtained. In addition, the amount of potassiums was 0.031 mols per mol of the instantiation compound 8. Moreover, ***** detection of the sodium was not carried out.

[0041] The synthetic example 5 (composition of the partial potassium salt of the instantiation compound 8)

120g of sodium salt obtained in the synthetic example 3 was dissolved in N-methyl pyrrolidone 167ml, 54g of potassium carbonate was dissolved in the liquid heated at 60 degrees C at 2.4l. of water, and the solution heated at 60 degrees C was added in about 30 minutes. At 60 degrees C, heating churning was carried out for 7 hours, it filtered and dried, and the impalpable powder of 115g light yellow was obtained. In addition, the content of a potassium was per [of the instantiation compound 8 / 0.034] mol.

[0042] The synthetic example 6 (composition of the partial potassium salt of the instantiation compound 8)

37.5g of potassium acetate was used instead of using 120g of sodium salt obtained in the synthetic example 3, and using potassium carbonate, except making reaction temperature into 50 degrees C instead of 60 degrees C, reaction operation was performed like the synthetic example 5, and the impalpable powder of 110g light yellow was obtained. In addition, the content of a potassium was 0.030 mols per mol of the instantiation compound 8.

[0043] The synthetic example 7 (it is $b/a > 0.2$ in the partial potassium salt of the instantiation compound 8, and is a $b > 0.5$ -micrometer compound)

130g of sodium salt obtained in the synthetic example 3 was dissolved in N-methyl pyrrolidone 182ml, and it added, having covered [which was heated at 60 degrees C] it for about 1 hour into the solution which dissolved 29.4g of potassium carbonate in 2.6l. of water, and has been agitated at heating and the low rotational frequency (250rpm) at 60 degrees C. Mixed liquor was heated for 1 hour, and when it filtered and dried, the impalpable powder of 120g light yellow was obtained. In addition, the content of a potassium was 0.033 mols per mol of the instantiation compound 8.

[0044] The synthetic example 8 (compound which does not contain an instantiation compound 8 potassium)

10g of sodium salt of the instantiation compound 8 obtained in the synthetic example 3 was dissolved in N-methyl pyrrolidone 15ml, and it added in 100ml of water which contains 2g of hydrochloric acids 35%. After agitating 60 degrees C for 1 hour, filtration and dryness were performed and the impalpable powder of 9.5g light yellow was obtained. In addition, the content of a potassium was 0.0001 mols or less per mol of the instantiation compound 8.

[0045]

Examples 1-3 and example of comparison 1 polyester resin (it compounds as an acid component, using the ethyleneoxide addition product of bisphenol A, and ethylene GURIKO -RU as a phthalic acid and a diol component.) Mw: 32000 The 100 sections Pigment blue 15:3 (KET BLUE 111) The four sections Compound of the synthetic example 4 Combination kneading of the 6 section above-mentioned material was carried out, trituration classification was carried out and the cyano toner of 8.9 micrometers of mean particle diameters was obtained. In this toner 100 section, the silica by which hydrophobing processing was carried out was added 0.8% of the weight, and the toner for a test was obtained in it. After supplying this toner for a test to the developer tank for nonmagnetic 1 components (the product made from SONITEKUTORONIKUSU, the platen for Phaser540, blade made from urethane) and carrying out fixed rotation of the roller, the amount of toner electrifications on a roller was measured. Moreover, the picture was printed on the OHP sheet also about OHP transparency, and permeability was measured. (A result is shown in Table -3) Furthermore, the quality of a picture did not deteriorate, after acquiring the clear picture with little fogging and repeating a 8000-sheet copy, when a photograph was taken on the spot in this toner for a test by the full color printer (the product made from SONITEKUTORONIKUSU, for nonmagnetic 1 components). Except using the compound of the synthetic example 4 shown in Table -3, the toner was prepared like the example 1 and the amount of electrifications and permeability were measured. The result was shown in Table -3. Moreover, as an example of comparison, the compound of the synthetic example 7 was similarly prepared to the toner, measured the amount of electrifications, and permeability, and showed them in Table -3.

[0046]

[Table 3]

表 - 3

No.	化合物	帯電量	透明性 (透過率)
実施例 1	合成例 4	$-20 \mu\text{C/g}$	57%
実施例 2	合成例 5	$-19.5 \mu\text{C/g}$	60%
実施例 3	合成例 6	$-24 \mu\text{C/g}$	50%
比較例 1	合成例 7	$-19 \mu\text{C/g}$	45%

[0047] As shown in upper **, with the compound made from $b/a > 0.2$ when considering as the length (a) of a major axis, and the length (b) of a minor axis and the synthetic example 7 used as $b > 0.5$ micrometers which are shown in the example of comparison, OHP transparency is considerably inferior compared with examples 1, 2, and 3. It is clearer than this result that the compound of the shape of a specificity of this invention is excellent as an electrification control agent.

[0048]

[Effect of the Invention] The toner for electrostatic-charge image development of this invention has electrification stability also in sufficient electrification level and the continuation copy over a long period of time, and can offer the color toner excellent in transparency.

[Translation done.]